This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

開発C及び企画室 浅野真生

報(A) 開特許公 (E2) (18) 日本国格群庁 (JP)

(11)特許出顧公開番号

特開平9-101630

(43)公開日 平成9年(1997)4月15日

(51) Int.C.		義別記事	广内整理器 导	РI			技術表示簡別
G03G	280/6			G03G	80/6	381	
	60/6					361	
	80/6					371	

(全18頁) 審査請求 未請求 請求項の数14 OL

(21) 出版番号	特 觀平7~257816	(71)出國人	(71)出权人 000001270
			コニカ株式会社
(22) 出国日	平成7年(1995)10月4日		東京都新宿区西新宿1丁目26番2号
		(72) 発明者	冶糖 品一 每
			東京都八王子市石川町2970番地コニカ株式
			会社内
		(72)発明者	阿部 次男
			東京都八王子市石川町2970番地コニカ株式
			会社内
٠			

(54) 【発明の名称】 静電荷像現像用トナー及びその製造方法

【目的】 装置の小型化及び色ズレを起こさない多重現 像、一括転写プロセスに於いて、長期に直り、安定した 面像徹度及び転写特性を実現するために、着色樹脂粒子 の妻面に均一に外添剤をソフトに固定化した静電荷像現 像用トナーを得る。

【構成】 少なくとも樹脂及び着色剤とからなる着色粒 子に微粒子を添加してなり、眩微粒子が着色粒子表面に が、実質的に球形の混合媒体の存在下に着色粒子と微粒 子を混合し、且つ、混合時の着色粒子の温度が樹脂のガ ラス転移温度 (℃) をTBとした時に下記に示す温度箱 **囲で処理された後に、混合媒体を取り除くことを特徴と** 固定化処理されてなるトナーにおいて、該固定化処理 Tg-20℃≤固定化処理温度≤Tg+20℃ する静電荷像現像用トナーの製造方法。

【特許請求の範囲】

色粒子に微粒子を添加してなり、眩微粒子が着色粒子表 面に固定化処理されてなる静電荷像現像用トナーの製造 方法において、該固定化処理が、実質的に球形の混合媒 体の存在下に着色粒子と微粒子を混合し、且つ、混合時 とした時に下記に示す温度範囲で処理された後に、混合 | 物水項1| 少なくとも樹脂及び着色剤とからなる剤 の着色粒子の温度が樹脂のガラス転移温度 (PC) をTig 媒体を取り除くことを特徴とする静配荷像現像用トナー の製造方法

【精水項2】 前記混合媒体の体積平均粒径が0, 1~ | 0 mmであることを特徴とする請求項1に記載の静電 Ig-20℃≤固定化処理温度≤Tg+20℃ 荷像現像用トナーの製造方法。

あることを特徴とする請求項1又は2に記載の静電荷像 現像用トナーの製造方法。 【請求項4】 前記混合媒体と着色粒子の充填比が下記 に示す体積比で処理されることを特徴とする請求項1, 2又は3に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。 混合媒体:着色粒子=1:2~2:1

色粒子に微粒子を添加してなるトナーの製造方法におい て、該微粒子の体積平均粒径が50~1000nmであ 【酢水項5】 少なくとも樹脂及び着色剤とからなる着 り、かつ、前配着色粒子表面に10~90%の固定化率 で固定化されてなることを特徴とする請求項 1 ~4の何 れか一項に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項6】 前配微粒子が無機微粒子或いは樹脂微粒 子であることを特徴とする請求項1~5の何れか一項に 記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【肋水項 7】 少なくとも樹脂及び着色剤とからなる着 色粒子に微粒子を添加してなり、駭微粒子が着色粒子表 面に固定化処理されてなるトナーにおいて、着色粒子と 微粒子の予備混合工程を経た後、固定化工程を行うこと を特徴とし、該予備混合時の若色粒子の温度が樹脂のガ ラス転移温度(C)をTgとしたときに、下配に示す温 度範囲で子備混合することを特徴とする静電荷像現像用

予備混合温度 (で) ≤Tg-30℃

樹脂のガラス転移温度 (で)をTgとした時に下配に示 【請求項8】 少なくとも着色粒子と微粒子の予備混合 の製造方法において、固定化工程時の着色粒子の温度が 化率で固定化してなることを特徴とする静配荷像現像用 C程を経た後、固定化工程を行う静電荷像現像用トナー す温度範囲で処理することにより、10~90%の固定 トナーの製造方法。

TB-20℃≦固定化処理温度≦TB+20℃

【請求項9】 前記静電荷像現像用トナーの製造方法に 特徴とする請求項8に記載の静電荷像現像用トナーの製 おいて、少なくとも下配に示す時間で保持されることを

3

特爾平9-101630

造方法。

lmin≤保持時間≤60min

【都求項10】 前記静電荷像現像用トナーの製造方法 において、固定化工程時の昇温速度及び降温速度が下記 に示すような速度範囲で処理することを特徴とする都求 項8又は9に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。 1. 0℃/min≤昇温及び降温速度≤5. 0℃/mi 【甜求項11】 前記静電荷像現像用トナーの製造方法 において、混合機の撹拌翼の先端周速が下記に示すよう な速度範囲で処理することを特徴とする制水項8、9又 は10に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。 予備混合速度≥30m/sec

【請求項12】 前記静電荷像現像用トナーの製造方法 において、固定化工程後に篩処理工程を有することを特 徴とする請求項8~11の何れか一項に記載の静電荷像 10m/sec≦固定化処理遊度≦40m/sec 現像用トナーの製造方法。 【翻求項13】 少なくとも樹脂及び着色剤とからなる 着色粒子に微粒子を添加してなるトナーの製造方法にお いて、該微粒子の体積平均粒径が50~1000nmで あり、かつ、前記着色微粒子表面に10~90%の固定 2の何れか一項に記載の静電荷像現像用トナーの製造方 化率で固定化されてなることを特徴とする請求項8~1

[初求項14] 前記微粒子が無機微粒子又は樹脂微粒 子であることを特徴とする額求項8~13の何れか一項 に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

|発明の詳細な説明|

[000]

[産業上の利用分野] 本発明は、電子写真方式の複写機 及びプリンター等おける2成分系の静電荷像現像用トナ 一に関するものである。

プリンターでは、着色剤を含有した樹脂粒子を用いて静 電潜像を可視化する方法が一般的であり、この着色樹脂 が使用されている。特に、特開昭62-182775号 の如く流動性向上効果が大きいことから比較的小粒径の 外添剤が添加されている。しかしながら、このような小 位径の外添剤を添加した場合、現像器中で生じるストレ 【従来の技術】従来、電子写真方式を用いた複写機及び 粒子には、荷電制御、流動性向上等を目的として外添剤 スにより、外統剤がトナー中に埋没し、帯電肌が変化し 【0003】また、カラー複写機、カラープリンターに **於いては、複数の基本色を肌ね合わせて画像形成を行う** たり、転写性の低下を引き起こすという欠点を有する。 [0002]

体上に全ての色を重ね合わせた後、一括して転写紙に転 て、現像剤を感光体に対して非接触状態で現像し、感光 方法が一般的であり、小型化、色ズレ防止を目的とし 写する非接触現像一括転写方式が提案されている。

[0004] かかるプロセスに於いては現像時に、トナ 即ち、外添剤の埋没はこの物理的付着力を増大させ現像 生の低下を引き起こし、一括転写時の転写ムラをも引き ・・キャリア間の物理的付着力が現像性等に寄与する。

157号の様に大粒径外添剤を用いる方法、又、特閒昭 48-8141号の镁に、大粒径外添剤として有機微粒 子を用いる方法が開示されている。更には、特開昭57 を添加することも知られている。この様な小粒径と大粒 蚤の2 種類の外統剤を添加した場合、外統剤の埋没を抑 別でき、長期にわたって帯電性や現像性、転写性の安定 した優れたトナーが得られる。しかしながら、この様な 大粒径の外添剤を用いると、外添剤がトナーから離脱し る。また、遊儺した外添剤は、ドラム傷やブレード傷な 回転するスリーブ上で滑り現象を起こしてしまい、それ により現像の画像部の画像器度が低く、一部白く現像さ 335357号の如く外添剤をハードに固定化する方法 が開示されている。従来においては、このハードな固定 化の方法として、例えばハイブリダイゼーションシステ ターを育する微粒子の複合化装置を用いて、機械的な衝 除力を与え、着色粒子表面に微粒子を打ち込むことで固 定化をする技術が知られている。しかしながら、この様 な方法で固定化した場合、着色樹脂粒子表面に均一に固 179866号の様に粒径の異なった2種類の外添剤 やすく、キャリア表面の汚染による帯電量変化が発生す [0005] かかる問題を解決するため、特開平2-1 67561号や特開平4-328579号、特開平4-ム等のようにパッチ式で高速で回転する撹拌羽根やロー 昆こす。この様な問題を解決するため、特開昭58-1 どの原因になったり、場合によっては凝集体を形成し、 れない部分も発生するなどの画像欠陥の原因にもなる。 定化させることが難しく、帯電量の分布が広くなった

の為、粒度分布が変化してしまい、篩い分け処理を行い [0006] このような問題を解決するために、トナー を高温下で撹拌混合する等の外添剤をソフトに固定化す 号)。しかし、従来の混合機、例えばヘンシェルミキサ −等のように撹拌羽根を有する固定容器型混合器やV型 **混合器等のように容器回転型の混合器では高温下の混合** を行うと、着色粒子の凝集物が発生することがある。こ **軽集物を取り除かなければならない等の問題がある。 る方法が知られている (特開昭63-131149**

り、十分な流動性が得られない場合がある。

粒子表面に50~1000nmの微粒子をソフトに固定 化することにより、長期に亘り、安定した帯電性と、高 転写プロセスに於いても、長期に亘り、安定した画像濃 び色ズレを起こさないことを目的とした多重現像、一括 トナーを製造するための手段を提供することを目的とす [発明が解決しようとする誤題] 本発明の目的は、着色 く几つ安定した転写性を維持し、また、抜置の小型化及 度を実現し、安定した転写特性を実現する静電荷現像用 0007]

め、本発明の静電荷像現像用トナーは、少なくとも着色 **樹脂粒子に微粒子を添加してなり、該微粒子が着色粒子 表面に10~90%の固定化率で固定化されてなること** 【課題を解決するための手段】以上の目的を達成するた を特徴とする。また、骸トナーを得るための製造方法

子を混合し、且つ、混合時の着色粒子の温度が樹脂のガ 処理温度≤Tg+20℃の温度範囲で処理することを特 **数とする。本発明における混合媒体が実質的に珠形であ** ~1. 0であることが好ましい。このような実質的に球 形の混合媒体を用いることにより、着色粒子の表面に対 は、実質的に球形の混合媒体の存在下に着色粒子と微粒 ラス転移温度をTgとした時に、Tg−20℃≦固定化 bが0.8~1.0であることが好ましく、特に0.9 する微粒子の固定化状態を十分に均一化することができ るとは、球形又は球形に近い楕円形であることをいう。 具体的には、混合媒体の短径aと長径bの平均の比aノ る。混合媒体の体積平均粒径は長径と短径の平均であ

2. 0~4. 0であることが好ましい。更に、前記混合 2~2:1の体積比で処理されることが好ましい。混合 媒体の材質は、その比重と、混合される着色粒子及び微 粒子とのコンタミ性(汚染性)を考慮して適宜選択され 媒体と着色粒子の充填比が、混合媒体:着色粒子=1; り、0. 1~10mmであることが好ましく、特にO. 5~5mmが好ましい。また、前記混合媒体の比重が る。具体的には、プラスチック、鉄、ガラス、アルミ ナ、ジルコニア、窒化珪素等から選択される。

(で)をTgとした時に、予備混合温度≤Tg-30℃ Tg-20℃≤固定化処理温度≤Tg+20℃の温度範 朋で処理することが好ましい。本発明においては、混合 【0009】また、本発明の別の態様では、該トナーを 程を経た後、固定化工程を行うことを特徴とし、予備混 0 m/sec≦固定化処理速度≦40 m/secの関係 であることが好ましい。また、固定化工程時の処理温度 範囲で1min≦保持時間≦60minの時間保持する ことが好ましい。更に、1.0℃/min≤昇温及び降 とが好ましい。これにより、前者で用いた混合媒体を用 得るための製造方法は、着色粒子と微粒子の予備混合工 時の撹拌翼周連が、予備混合速度≥30m/sec、1 温≤5.0℃/minの速度範囲で品温の調整をするこ の温度範囲で行う。固定化工程時の着色粒子の温度は、 合工程時の着色粒子の湿度が樹脂のガラス転移温度 いずに良好な結果を得ることができる。

[0010] 本発明に用いる微粒子としては、体積平均 **並径が50~1000mであることが好ましく、ま** と、該衛粒子は無機衛粒子でも樹脂微粒子でもよい。

【0012】2成分現像剤では、流動性及び帯電性を確 保するために、一般に、無機、又は有機衡粒子を外部添 [0011]以下、本発明を具体的に説明する。

に対して、大粒径外添剂を用いると外添剤埋没は防止で の帯電性が影響しはじめ、帯電性の変化が生じる。これ と、また樹脂粒子表面との接着力が弱いため、外添剤の 大きくなる。また、帯電性はキャリアと接する最表面の ることによりコントロールできるが、外部添加剤の粒径 が小さすぎたり、外部からの衝撃によりトナー中に埋没 したりすると、トナー表面とキャリアが接触し、トナー きるものの、粒径が大きくなるため流動性が悪くなるこ 加しているが、粒経が小さくれるほど流動性付与効果は 外添剤に支配され、外部添加剤の表面の帯電性を制御す 離脱が発生し、キャリア表面の汚染による帯電量変化

樹脂粒子と外添剤を撹拌混合し、樹脂粒子表面に外添剤 を均一に固定化している。この固定化の状態は、外添剤 [0013] そこで本発明によれば、大粒径の外胚剤の Tg-20℃≤固定化処理温度≤Tg+20℃の条件で とトナーのBET比表面積から次式のような固定化率F 離脱防止に対して、実質的に球形の混合媒体の存在下、 dを定殺した。 [0014] [数1]

固定化度 (%)

1- (固定化トナーSw - 未処理トナーSw) ×100 (%) 液加外液剂Sw

未処理トナー:未処理トナーのBET比表面積 (m 2/ 【0015】固定化トナー:固定化トナーのBET比表 洒積 (m2/g)

添加外添剤 : 添加した外添剤のBET比表面積 (m 2 なお、BET比表面積は島津製作所(株)製 Flow sorb 2300を用い、BET1点法により測定し

[0016] 上記の温度範囲がTg-20℃以下では固 定化率Fdが10%に達せず、微粒子は単に若色粒子の 表面に付着しているだけの状態であり、微粒子が離脱し 上記のような問題が発生する。また、Tg+20℃以上 では、固定化率Fdが90%を越え、外統剤微粒子が過 大粒径外添剤の効果がなくなる。また、トナー同士で磁 も、混合媒体の強度では外添剤を打ち込むだけの衝撃力 は付与できず固定化率Fdは10%以下で不十分であっ た。たとえこのときの固定化率Fdが10%以上になっ トナー雅散や画像劣化が発生する。一方、Tg-20℃ たとしても、それはハードな固定化状態となり、目的と 集が発生し、粒度分布が変化したり、帯電量が変化し、 **軻に固定化されて、着色粒子表面の影響が大きくなり、** 以下で、且つ処理強度を上げて固定化を試みた場合で する効果は得られない。 たものである。

[0017]また、従来、大粒径外添剤を添加した場合 の課題であった流動性付与効果の低下に対しては、実質 的に珠形の混合媒体の存在下、T┏-20℃≦固定化処 理温度≤Tg+20℃の温度範囲で処理することで改善 されることがわかった。

う。また、1000nm以上の物では流動性の低下が著 [0018] 外添剤は、上記の優れた効果を発揮するの には粒径が、50nm以上の物を使用するのがよい。 5 0 n m以下の物では大粒径外添剤の特徴である埋没抑制 の効果が得られず、固定化により完全に埋没してしま

【0019】本発明で用いられるトナーは結着樹脂と着 色剤と必要に応じて使用されるその他の添加剤とを含有 した着色粒子に本発明の微粒子を添加したトナーであ しく、上配の温度範囲で処理をしても改修できない。

【0020】 若色粒子を構成する結労樹脂としては特に る。その平均粒径は体積平均粒径で通常、1~30μ m、好ましくは5~15μmである。

5℃である。この温度が低い場合には微粒子の固算は良 好となるが、プロッキング性が低下し、いわゆる現像器 内部で極集やトナーのキャリアに対する融前の問題を発 生する。一方、ガラス転移温度が高い場合には、ブロッ キングの問題は発生しないが、紙に対する接着性が低下 で、樹脂のガラス転移温度としては定着性及びブロッキ ング性改善のため、45~70℃、好ましくは52~6 限定されず、従来公知の領々の樹脂が用いられる。例え ば、スチレン系樹脂・アクリル系樹脂・スチレン/アク リル系樹脂・ポリエステル樹脂等が挙げられる。こ

0021】着色剤としては特に限定されず、従来トナ 一用として公知の、カーボンブラック・ニグロシン牧科 リンイエロー・メチレンブルークロライド・フタロシア コンブルー・マラカイトグリーンオクサレート・ローズ ・ウルトラマリンブルー・デュポンオイルレッド・キノ ・アニリンブルー・カルコイルブルー・クロムイエロー し、定着性が低下する問題を発生する。

シアントナーに必要な節料としては、C. 1. ピグメン C. 1. ピグメントブルー15:6、C. 1. ピグメン C. 1. ピグメントレッド122, C. 1. ピグメント [0022] 例えば黒トナーとしてはカーボンブラック ・ニグロシン強料等が使用され、イエロー、マゼンタ、 トブルー15:3, C. 1. ピグメントブルー15, トブルー68, C. 1. ピグメントレッド48-3, ベンガル等が挙げられる。

C. 1. ピグメジトイエロー17, C. 1. ピグメント レッド212, C. 1. ピグメントレッド57-1,

€

* や、遊離外添剤による、ドラム傷やブレード傷、磁単作

の形成による画像欠陥の原因にもなる。

【0023】その他の添加剤としては例えばサリチル酸 オレフィン・カルナウパワックス等の定着性改良剤等が 誘導体・アゾ系金属錯体等の荷種制御剤、低分子量ポリ

化マンガン、酸化ホウ素、炭化ケイ素、炭化ホウ素、炭 【0024】本発明を構成するための無機微粒子として は、各種無機酸化物、窒化物、ホウ化物等が好適に使用 される。例えば、シリカ、アルミナ、チタニア、ジルコ ニア、チタン酸パリウム、チタン酸アルミニウム、チタ ン酸ストロンチウム、チタン酸マグネシウム、酸化セリ ウム、酸化亜鉛、酸化クロム、酸化セリウム、酸化アン チモン、酸化タングステン、酸化スズ、酸化テルル、酸 **化チタン、窒化ケイ素、窒化チタン、窒化ホウ繋等があ** げられる。更に、上記無機偽粒子に疎水化処理を行った ものでもよい。碌水化処理を行う場合には、各種チタン カップリング剤、シランカップリング剤等のいわゆるカ ステアリン酢カルシウム等の高級脂肪酸金属塩によって ップリング剤によって疎水化処理することが好ましく、 更に、ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸亜鉛、 **陳木化処理することも好ましく使用される。**

【0025】疎水化をするための材料例としては、チタ ンカップリング剤として、テトラブチルチタネート、テ トラオクチルチタネート、イソプロピルトリイソステア ロイルチタネート、イソプロピルトリデシルベンゼンス **レフォニルチタネート、ピス(ジオクチルパイロフォス** フェート) オキシアセテートチタネートなどがある。 更 エチル) アミノプロピルトリメトキシシラン、y ー (2 ーアミノエチル) アミノプロピルメチルジメトキシシラ ノブロピルトリメトキシシラン塩酸塩、ヘキサメチルジ シラザン、メチルトリメトキシシラン、プチルトリメト デシルトリメトキシシラン、ドデシルトリメトキシシラ ン、フェニルトリメトキシシラン、0ーメチルフェニル トリメトキシシラン、ローメチルフェニルトリメトキシ こ、シランカップリング剤としては、タ ー (2ーアミノ キシシラン、イソブチルトリメトキシシラン、ヘキシル トエリメトキシシラン、オクチルトリメトキシシラン、 ン、ソーメタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、 N-β- (N-ビニルベンジルアミノエチル) γーア シランなどがあげられる。

成する材料としてあげることができる。これらは単独或

いは組み合わせて使用することができる。

【0026】 更に、ポリシロキサンをアミノ変性したシ リコーンオイルも使用することができる。この例として アミノプロビルメチルジメトキシシランで処理したもの は、ポリシロキサンに対して y ー (2ーアミノエチル) などがあげられる。

【0027】脂肪酸及びその金属塩としては、ウンデシ **ル酸、ラウリン酸、トリデシル酸、ドデシル酸、ミリス 酢、ヘブタデシル酸、アラキン酸、モンタン酸、オレイ** チン酸、パルミチン酸、ペンタデシル酸、ステアリン

ルアミド・Nープチルアクリルアミド・N, Nージプチ

ン酸、リノール酸、アラキドン酸などの長額脂肪酸があ アルミニウム、カルシウム、ナトリウム、リチウムなど げられ、その金属塩としては亜鉛、鉄、マグネシウム、 の金属との塩があげられる。

重量で3~7%である。また、これらの材料を組み合わ [0028] これら化合物は、無機衡粒子に対して重量 で1~10%添加し被覆することが良く、好ましくは、 せて使用することもできる。

スチレン・3, 4ージクロロスチレン・pーフェニルス としては特にその組成が限定されるものでは無い。一般 的にはビニル系の有機微粒子が好ましい。この理由とし ては乳化重合法や懸濁重合法等の製造方法によって容易 Dーメチルスチレン・αーメチルスチレン・pークロロ チレン・pーエチルスチレン・2, 4ージメチルスチレ ン・p-t-ブチルスチレン・p-n-ヘキシルスチレ ン・ローローオクチルスチレン・ローローノニルスチレ ン・ローローデシルスチレン・ローロードデシルスチレ 【0029】一方、本発明を構成するための樹脂微粒子 スチレン・oーメチルスチレン・mーメチルスチレン・ に製造することが可能であるからである。具体的には、

チル等のアクリル酸エステル誘導体等が有機微粒子を構 ンの様なスチレン或いはスチレン誘導体、メタクリル酸 メチル・メタクリル酸エチル・メタクリル酸nーブチル ・メタクリル酸イソプロピル・メタクリル酸イソプチル ・メタクリル酸1ープチル・メタクリル酸nーオクチル ・メタクリル酸2~エチルヘキシル・メタクリル酸ステ ・メタクリル酸ジエチルアミノエチル・メタクリル酸ジ アクリル酸2-エチルヘキシル・アクリル酸ステアリル ・アクリル酸ラウリル・アクリル酸フェニル・アクリル 酸ジメチルアミノエチル・アクリル酸ジエチルアミノエ アリル・メタクリル酸ラウリル・メタクリル酸フェニル アクリル酸メチル・アクリル酸エチル・アクリル酸イソ プロピル・アクリル酸 n ーブチル・アクリル酸 t ーブチ ル・アクリル酸イソブチル・アクリル酸n-オクチル・ メチルアミノエチル等のメタクリル酸エステル誘導体、

プチレン等のオレフィン類、塩化ビニル・塩化ビニリデ プロピオン酸アニケ・酢酸アニク・ベンンエ酸アニラ等 のピニルエステル類、ピニルメチルエーテル・ピニルエ チルエーテル等のピニルエーテル類、ピニルメチルケト 物、アニバナンタンン・アニルアリジン等のアニル化金 物類、アクリロニトリル・メタクリロニトリル・アクリ 【0030】更に、その他のビニル系樹脂微粒子を構成 するための材料としては、エチレン・プロピレン・イソ ン・アニケエチケケトン・アニケくキングケトン等のア ニルケトン類、N – ビニルカルパゾール・N – ビニルイ ン・臭化ビニル・弗化ビニル等のハロゲン系ビニル類、 ンドーケ・Nーアコケピロリドン緑のNーアコケ(C合

クリル酸或いはメタクリル酸誘導体がある。これらピニ **ルアクリルアミド・メタクリルアミド・Nープチルメタ** ル系単畳体も単独或いは組み合わせて使用することがで クリルアミド・N -オクタデンルアクリルアミド等のア

このためには、種々の架構剤によって樹脂機微粒子自体 い。この紫極剤の例としては、ジアニケベンガン・エチ グリコールジメタクリレート・トリエチレングリコール ジメタクリレート等が挙げられる。架橋剤の使用量は必 要とする架構度によって適宜使用低を調整して使用され [0031] 更に、樹脂微粒子としては現像剤を長期に を架備し、硬度の高いものとして使用することが好まし レングルコールジアクリ レート・ジエチレングリコール ト・エチレングリコーリジメタクリレート・ジエチレン るが、ピニル系単量体に対しての.1~5 重量%使用さ **れることが望ましい。架橋剤が過多となると硬度は高く** なるものの、もろくなり、逆に耐久性が低下する問題を 発生し、架備剤の添加量が過小であると架構剤の効果を ジアクリレート・トリエチレングリコールジアクリレー **凍って使用した場合でも安定であることが必要である。** 発揮することができない。

[0032] 樹脂微粒子の製造方法としては乳化取合法 ルアルコール、エチレンオキサイド付加物、高級アルコ **一ル硫酸ナトリウム等の界面活性剤として使用されてい** い。更に、反応性乳化剤の使用や、親水性単低体、例え 性樹脂やオリゴマーを使用する方法や、分解型乳化剤を 使用する方法や、架橋型乳化剤を使用する方法等のいわ アクリル酸アミドのスルフォン酸塩やマレイン酸誘導体 の塩類等があげられる。無乳化重合法は残存乳化剤の影 響が無く、有機微粒子を単体で使用する場合には好適で や懸渦重合法によって作成することができる。乳化重合 法は、界面活性剤を含有する水中に上記単畳体を添加し 乳化させた後に重合する方法であり、界面活性剤として はドデシルベンゼンスルフォン酸ナトリウム、ポリビニ ば酢酸ビニルやアクリル酸メチル等の過硫酸塩系開始剤 による重合や、水溶性単畳体を共頂合する方法や、水溶 ゆる無乳化肛合法も好適である。反応性乳化剤としては る物ならば全て使用することができ、特に限定されな

[0033] 樹脂微粒子を合成するために必要な肛合肌 ロニトリル等のアン系の重合開始剤があげられる。これ 合反応が早すぎるために分子量が小さくなる問題を生じ る。更に、乳化肌合法等では重合開始剤として過硫酸カ **始剤には、過酸化ベンゾイル、過酸化ラウリル等の過酸** 忆物、アンピスインブチロニトリル、アンピスインバレ らの添加畳は単畳作に対して0. 1~2 重量%が好まし い。この量よりも過小であると重合反応が不足し、単畳 体自体の残留の問題を発生する。更に、過多であると重 合開始剤の分解物が残留し帯電性に影響を与え、更に重 リウム、チオ硫酸ナトリウム等を使用することができ

行うことが好ましい。

9

る。 【0034】なお、上記無機微粒子及び尚脂微粒子は相

9

が過小であると本発明の目的である、転写性の改善効果 がなく、過多であると添加する徴粒子の遊曝による感光 1~5.0 重量%孫加することがよい。この孫加重 体に対する傷や現像剤の撤送不良の問題等を発生する。 [0035] 微粒子の添加肌は、トナーに対して概ね み合わせて使用してもよい。

[0036]なお、本発明に於いては上記本発明を構成 する徴粒子以外に、いわゆる小粒径の無機微粒子を添加 することも好適である。この場合、使用される無機微粒 れた無機微粒子を使用することができる。更に、疎水化 処理をして使用することが好ましく、この場合の疎水化 処理としても前述に記載した確水化処理剤を用いて処理 しては、数平均一次粒子径で5~50mmのものが好適 に使用される。この粒径が大きい場合には、目的とする 流動性改善の効果が発揮されず、一方で小さい場合には トナーに対する付着性が高くなることから、減動性の改 子としては特に限定されるものではなく、前述に配載さ することが好ましい。この場合の小粒径の無機偽粒子と 普効果が発揮されない。

[0037] 本発明に於いて微粒子を着色粒子表而に固 定化する具体的な装置としては、パイプローミル、V型 ウターミキサー、Wコーンミキサー等を使用することが 混合媒体を充填した混合容器に回転重強式によって発生 する援動力を与え、混合媒体の移動による対流混合、混 合媒体同士の衝突による圧縮作用やせん断作用を利用し た固定化、混合媒体と容器壁との衝突による摩擦作用を ことができる。また、外部からの加熱の容易性や連結処 限合機、ロッキングミキサー、レーディグミキサー、ナ できる。中でもバイブローミルは、着色粒子と微粒子と 利用した混合等によってミクロ的に均一な固定化を行う **埋が可能であるなどの観点で好適に使用することができ**

な衝撃作用、せん断作用、摩擦作用を行わせ固定化処理 の勘定方法は、トナーが混合されている状態でトナーが **流動している邸位の温度を測定するものである。また更** には、固着処理後に冷水を流通させ、冷却、解砕工程を を進めるものである。混合媒体4はミル本体5の全体で 運動しつつ衝突を繰り返すので、着色粒子に微粒子がミ 7 は偏心振動顔、|8 はスプリング、9 はフレキシブルシ ャフトカップリング、10はモーターである。このパイ 本体内の混合媒体4と着色粒子及び微粒子に比較的小さ また温度の制御方法としては、外部より温水等を用いて 必要な温度に調整することが好ましい。このとき、温度 [0038] 図1 は本発明に保わるパイプローミルの計 御を示す説明図である。5はパイブローミル本体、6. **ブローミルでは、個心挺動顔6,7によって挺動させ、** クロ的に均一に分散されつつ固定化されるようになる。

[0039] 本発明においては、上述したように特定の 条件で着色粒子と微粒子を予備混合した後、固定化工程 を行うことを特徴としており、予備混合工程において

機械的衝撃力の大きい条件で、かつ着色粒子の樹脂 Tg-30℃の材料温度の範囲で撹拌混合するので、着 色粒子と微粒子との静電摩擦力に更にメカノケミカル効 し、均一に付着した状態の混合物を短時間に得ることが のガラス転移温度をTgとしたときに、予備混合温度≦ 果や、更に做粒子の1次粒子への解砕効果等が付与さ れ、その結果着色粒子の表面上に微粒子が積密に分散

微粒子の1次粒子への解砕効果が不足し、着色粒子表面 に均一に付着することができなくなり、いわゆる微粒子 30℃よりも高くなる場合には、微粒子が着色粒子表面 上に均一に付着しきっていないうちから着色粒子表面が の遊離を引き起こす。また、予備混合時の温度がTgー [0040]なお、予備混合時の機械的衝撃力の小さく なる撹拌周速が30m/secよりも小さい場合には、 軟化し始めるため、着色粒子の凝集や融着を引き起こ 【0041】一方、固定化工程において、予備混合工程 **遊離させることなく容易にかつソフトに固定化すること** よりやや機械的衝撃力を低下させ、かつ材料温度を丁B ているので、着色粒子の表面に好適に付着した微粒子を **−20℃≤固定化温度≤Tg+20℃に高くして処理し**

[0042] 一方、Tg-20℃以下の温度で撹拌翼周 速を40m/sec以上にして機械的衝撃力を上げて処 理した場合に、このときの固定化率Fdが10%以上に なったとしても、それはハードな固定化状態となり、目 的とする効果は得られない。 【0043】また、上配固定化温度で1min≦保持時 **状態で固定化処理することが可能で、非常に均一な固定** 聞≦60minの範囲で保持することにより、着色粒子 0℃/min≤昇温及び降温≤5.0℃/minの 速度範囲で品温調整を行っているため、槽内での品温の ばらつきやブロッキングも起こらず、櫛内を常に均一な 表面に微粒子を均一に固定化することができる。更に、 化状態を達成できる。

京温の部分とほとんど温度の変化していない部分とが存 住し、着色粒子表面上の固定化状態も不均一な状態とな る。また、1.0℃/min以下の遅い速度で昇温した 場合は、撹拌時間が非常に長くなり、着色粒子表面に付 **育した微粒子が徐々に遊離したり、情内の流動状態が悪** とから、均一な状態で固定化を進行させるためには、昇 温速度は適正な速度で行い、保持時間をある程度設ける ことが好ましい。 情内全体が均一な一定温度になった状 [0044] なお、5.0℃/min以上の速い速度で **引温させた時には、槽内の温度分布がばらつき、非常に** 化してブロッキング等を引き起こす場合がある。このこ

態で固定化を進行させることで、非常に均一な固定化状

[0045] 本発明は、上記の条件が全て満たされたと きに長期に亘り、安定した帯電性と、萬く且つ安定した 転写性を維持し、優れた現像剤性能を発現する。これら の内いずれかの条件が、範囲からはずれた場合には上記 のような問題が発生し、目的とする性能の現像剤は得ら れるものではない。 [0046]又、温度の制御方法としては、外部より温 水等を用いて必要な温度に調整することが望ましい。こ の時温度の測定方法は、トナーが撹拌混合されている状 値でトナーが流動している部位の温度を測定するもので ある。また更には、固君処理後に冷水を流通させ、冷却 工程を行うことが好ましい。

【0047】また、本発明では同一の撹拌混合装置で全 て処理を行うため、2 種以上の徴粒子を同時に、或いは 別々に固定化することも可能である。また固定化処理後 に流動性向上剤等を添加、混合してもよい。

触現像で画像を形成する方法でもよく、カラー画像を形 【0048】 画像を感光体上へ形成する方式としては接 成する場合には、現像剤を非接触状態で感光体上へ繰り 返し画像を形成し、フルカラー画像を形成する方式でも よいし、接触或いは非接触状態で1色ずの感光体上へ形 成し逐次感光体より中間転写体へ転写し、その中間転写 体でフルカラー画像を形成する方法でもよい。

【0049】非接触状態で現像を行う場合には、薄層形 成方式で現像剤を撤送する方法が好ましい。薄쭴形成方 式とは現像剤担持体表面に現像領域で20~500μm 場合には磁気の力を使用する磁性ブレードや現像剤担持 の現像剤陶を形成する方式を示す。この薄層形成を行う **体表面に現像剤層規制権を押圧する方式等がある。更**

に、ウレタンブレードや燐背銅板等を現像剤担持体表面 に接触され現像剤層を規制する方法もある。

【0050】現像剤担特体としては、担特体内部に融石 を内蔵した現像器が用いられ、現像剤担持体表面を構成 するものとしてはアルミニウムや表面を酸化処理したア 【0051】押圧規制部材の押圧規制力としては1~1 いミニウム或いはステンレス製のものが用いられる。

制力が不足するために搬送が不安定になり、一方、押圧 力が大きい場合には現像剤に対するストレスが大きくな 5 g f /mmが好適である。押圧力が小さい場合には規 るため、現像剤の耐久性が低下する。好ましい範囲は3 ~10gf/mmである。

d) は現像剤層よりも大きいことが必要で、現像剤層よ な範囲としては15~200μmである。更に、現像バ イアスとしてDC成分に加えて、交番恒界としてACバ イアスを印加する方式が良い。交番電界としては100 りも間隙が10μm以上広いことが好ましい。特に好適 0~3000H2、旬圧としてはピークからピーク(V 【0052】 現像剤担持体と感光体表面の間隙 (Ds

範囲よりも小さい場合にも同様に交番電界の作用が発揮 p – p)の絶対値で500~2000∨が好適な範囲で **らる。この範囲を越えた場合には交番電界の効果である** 弱帯電性トナーの引き戻し効果が発揮されず、更にこの

~40mmのものが好適である。直径が小さい場合には い場合には現像剤に対する遠心力が大きくなり、トナー [0053] 現像剤担特体の大きさとしては直径が10 見像剤の混合が不足し、トナーに対して帯粒付与を行う に充分な混合を確保することが困難となり、直径が大き の飛散の問題を発生する。

[0054]

合、固定化が達成される。また、媒体から与えられる衝 12、添加微粒子の分散が造成でき、着色粒子の融着や騒 集は一切起こらず、篩い分け工程を省略できる。しかも 英質的に球形である混合媒体の混合容器内への充填率を 降力はブレードタイプの固定化装限に比較して簡小であ り、媒体の種類を適宜選択することにより混合強度を自 **巾に関整することも可能で、目的とするソフトな固定化** 「作用】本発明においては、実質的に球形の混合媒体の 存在下に着色粒子と微粒子を混合し、且つ、混合時の着 色粒子のガラス転移温度(C)をTgとした時に、Tg −20℃≤固定化処理温度≤Tg+20℃の温度範囲で **処理しているため、媒体の分散効果により、均一な固定** 高くすることが可能となり、着色粒子及び微粒子と混合 媒体を高い確率で接触させることができ、短時間での混

【0055】本発明の別の態様においては、着色粒子と (着色粒子製造例):

ポリエステル樹脂 (ガラス転移温度=57℃) via 1 ī (着色粒子製造例1.)

カーボンブラック・・・ ポリプロパレン

[0059] (着色粒子製造例2) 着色粒子製造例1に 於いて、カーボンブラックの代わりにC、1、ピグメン 上記成分を混構、粉砕、分級して体積平均粒径8.5μ nの着色粒子を得た。これを「黒着色粒子1」とする。 トイエロー17を用いた他は同様にして着色粒子を得 た。これを「V着色粒子1」とする。

[0060] (着色粒子製造例3) 着色粒子製造例1に 於いて、カーボンブラックの代わりにC. 1. ピグメン トレッド122を用いた他は同様にして着色粒子を得 た。これを「M着色粒子1」とする。

[0061] (着色粒子製造例4) 着色粒子製造例1に 於いて、カーボンブラックの代わりにC. 1. ピグメン トブルー15:3を用いた他は同様にして着色粒子を得 た。これを「C着色粒子1」とする。

(微粒子1) 乾式シリカ (数平均一次粒子径100n [0062] [添加微粒子製造例]

* 微粒子との予備混合工程においては、機械的衝撃力の大 きい条件で、かつ春色粒子の樹脂のガラス転移温度

うな状態の混合物は、微粒子に由来する白色の粒子が関 Cの材料温度の範囲で撹作混合するので、着色粒子と微 徴粒子の1次粒子への解砕効果等が付与され、その結果 (C)をTBとしたときに、予備混合温度≤TB-30 粒子との静電摩擦力に更にメカノケミカル効果や、更に 着色粒子の表面上に微粒子が穣密に分散し、均一に付着 した状態の混合物を短時間に得ることができる。このよ 粽できず、従来の混合物とは明らかに異なる。

ているので、着色粒子の表面に好適に付着した微粒子を ができる。また、固定化温度で1min≦保持時間≦6 で/min≤昇退及び降温≤5.0℃/mipの速度範 **聞で品温調盤を行っているため、槽内での品温のばら**0 きやブロッキングも起こらず、トナーの篩い分け工程を **行うことが窒ましいがこれを省略することも出来る。情** [0056] そして、固定化工程においては、予備混合 -20℃≤固定化温度≤Tg+20℃に高くして処理し 遊離させることなく容易にかつソフトに固定化すること **魚粒子を均一に固定化することができる。更に、1.0** L程より機械的衝撃力を低下させ、かつ材料温度をT g 0 minの範囲で保持することにより、着色粒子敷面(内を常に均一な状態で固定化処理することが可能で、 常に均一な固定化状態を達成できる。 [実施例] 以下、実施例を挙げて本発明を詳細に説明す **るが、本発明の態様はこれに限定されない。**:

[0058] 実施例1

爪爪部 100 m) 100gに、ヘキサメチルジシラザン15gをメタ 1ール中で30分撹件、濾過、乾燥後、解砕して作製し

【0064】 (敵粒子3) アモルファスチタニア (数平 [0063] (微粒子2) 乾式シリカ (数平均一次粒子 均一次粒子径150nm)を、微粒子1と同様の方法 径15nm)を、微粒子1と同様の方法で作製した。

ター次粒子径20nm)を、微粒子3と同様の方法で作 で、C10H21Sil (OCH3) 3 10gを用いて処理 **【0065】 (簡粒子1) アモルファスチタニア (数平** し、作製した。

チルメタアクリレート (MINIA) 微粒子 (数平均一次粒 [0066] (微粒子5) 乳化肌合法により作製したメ

【0067】 (微粒子6) 乳化重合法により作製したメ 子径50nm)を用いた。

2

8

[6900]

品を補集回収して本発明のトナーを得た。更に比較とし せたミルにもう一度通過させることで冷却を行い、処理 て、媒体を使用しない境枠翼型の装置についても固定化 **作でそれぞれ固定化処理を行い、その後、冷水を流通さ** 処理を行った。 我1、2にその条件及び結果を示す。

6 下ナー10 C 高色位子 1 一 最位子 6 2 1:5 2.0 32 医神器 3.0 1:2 ī 2.0 7 32 薩中斯 8 千姓歲 Ⅰ 千姓 金 聚 M 01-+4 M 2:1 2.0 Z 医学群 32 3.0 8 千姓斯 | 下好色嵌入 01-**41** Y z : ı 2.0 Z 32 旗体型 3.0 8 千垃圾 「干垃鱼贷品 キィ属 OL-1:5 7 100 2.0 58 医学期 3.0 ○ 第色粒子 | 微粒子 5 6 -443 医中草 6-41W 00 i 1:2 2.0 7 £Β 3.0 R 子並衛 I 干班当家M 果語色粒子 | 微粒子 5 イ 会を 1 子が 3 会 と 5 100 1:2 2.0 Z 28 極神斯 3.0 **6 一 イ 4 丫** 001 z : 1 2° 0 7 83 医中草 3.0 6 一七 1 温 _ 坚翼針數 C 第を位子 1 条位子 5 C 第を位子 1 条位子 5 83 3, 0 (美発) _ _ 8 -440 田 × 主義素語 (主義) EB 壁翼斜數 3.0 4 1 W (主義) × 业 瓮 骸 蝎 _ = _ 83 虚翼针動 3.0 | 千劫色散| 8ーキイY 1Q × **业获款品** _ 83 坚翼转散 3.0 2 千劫衛 「干」の自食品 8ー七1点 a (美餐) × 「子が施」 「干が色管) 18 亚翼弁武 310 10 4 4 D (主統) × 28 1-41W Ħ 01 坚翼弁對 3.0 「千劫券」 | 千劫 **全**衞 M (主義)× 88 07 提件觀型 3.0 | 千姑遊 | 「千姑母散丫 **ブーナイソ** 「干益数」 | 干益多数無 (主義) × 28 _ _ _ 10 医翼针肌 3.0 (PO/B) (==) (%) (北蘇本) (J.) (%事事) **集体:清色粒子** 其出本就 媒体还 N E Dit 事 蹬 いまか図園 ₩ Æ īğ 酥 **医双亚**多 平 楽 成 森 子克多哥 **陽査獎ーモイ**

Cトナー6 C第色粒子1 微粒子5

で子が筋 「干が当爺M るーセイM

8 干垃圾店 「干垃圾店

5 「M卷色粒子1 | 微粒子5

8 千姓泰

「千姑戲

「千益島

| 千姑衛

1 千姑歲

「干が数

| 千成数

1 千姓歲

既 野

成 森

-5 C海色粒子1 微粒子5

B 千姓歲 | 千姑色箭丫 | 2 -

- 1 C装色粒子1 強粒子3

E 千姓帝 □ 十分中央 □

Y衛色粒子 | 微粒子3

県番色粒子 1 微粒子 3

C 造色粒子 1 微粒子 3

8 千が<u>海</u> Ⅰ 千が 多資 M

▼富色粒子 | 微粒子3

「千垃圾」 | 千垃合家丫

1 千雄色散黑

Ⅰ 千雄 登 展 ⊃

I 干游鱼窗M

一千姑母發訊

1 干放盘套丫

1 千雄母雲黑

干益鱼髌

Ⅰ千が合数∀ 3ーモイY

「千<u>が母寮票</u> B ーセイ馬

マートム語

モーナイ馬

MFF-2

2ー七イ馬

1-440

1-44M

1ーナイン

1 一七 1 黒

内査摩ーセイ

440

ſΦ

34

¥

4 1 D

m、1000エルステッドの外部磁場を印加したときの 飽和磁化が62emu∕gのCu−2nフェライト粒子 の表面に、メチルメタアクリレート/スチレン=6/4 組成の共重合体を被覆層の平均模厚が2.0μmとなる (キャリアの製造法) 比重5.0、重量平均粒径40μ

(Y), マゼンタ (M), シアン (C). 肌の4色の現 と、我1において騒集物や融着の発生しなかったトナー 42 gとをV型混合機を用いてテスト環境下(20℃; [0072] (現像剤製造法) 上配キャリア558g 50%R. H.) において20分間混合し、イエロー 像剤をそれぞれ作製した。

【0073】《評価装置、条件》評価は、感光体上に全

8

ように作製した。

【0071】 [実機テスト]

[0000]

11

81

[表2]

*

9

特開平9-101630

6

チルメタアクリレート(MMA)微粒子(数平均一次粒 子径1200nm)を用いた。

三井ヘンシェルミキサー (FM-10B) にて予備混合 し、混合媒体の充填された図1のバイブローミルに連続 的に供給し、ジャケットに温水を流通させてトナー排出 【0068】(トナー製造例)上記着色粒子と微粒子を

ロでの温度が以下に示す温度になるように、また使用し た媒体の径、比重、充填比を「妻1」に示したような条

06 1:2 1 : Z 88 1:2 06 1:2 06 z : ı 06 2 : 1 2 : 1 06 78 88 2:1 2:1 88 Z : 1 78 1:2 M ET z∶ι 21 ÞΙ 2:1 71 2:1 SI

11

11

18

83

28

08

(%)

いまか家園

擊

聋

68

08

2.0 20 2.0 2.0 z : 1 2.0 2:1 2.0 2:1 2.0 2:1 2.0 2:1 2.0

(体理化)

集体:猪色粒子

₩

ī : z

1:2

7 z 7 S Z Z Z 7 2:1 2.0 7 z : ı

(P/6)

医出类类

噩

≉

2.0

0.2

2.0

2.0

0.4

0.4

4.0

4.0

2.0

0.S

2.0

2.0

2.0

92 ΟZ 07 01 01 07 10 01 5.0

(48)

旗体理

14

海体型 雄体型 森存图 阿女女 海中野海 旗夺过 Z 01 型 4 联

(2)

第 星

02

10

01

01

01

01

01

01

01

01

01

01

59

59

65

7

Z

z

7

Z

7

z s

ς

ç

S

5 7

旗存置

医本数

媒体型

四中縣

海体型

森存值

旗体型

森布姆森布

鎌俸函

雄体型

海体型

羅律題

海体型

森存值

阿李瑟

3.0

3.0

3.0

3.0

3.0

3.0

3.0

3.0

3.0

3.0

3.0

3.0

3, 0

3.0

3.0

3.0

0.4

4.0

0.4 0.5

3.0 3.0 3.0

0.4

(%基理)

量成素

群 黎

西菜野奴

ς.

特] 101630

【0074】 感光体表面配位=−550V DCパイアス =-250V

ACバイアス =Vp-p:-50~-450V

交番配界周波数=1800Hz

 $= 300 \mu m$ **种压规制力** Dsd

| 即圧規制部材 = SUS416 (磁性ステンレス製) = 1 0 g f/mm

直径3mm

 $= 150 \, \mu \, \text{m}$ 現像和層厚

性と流動性、白筋、ドラム傷及びトナーの機内飛散飛散 の評価をした。また、重ね合わせ色の転写性の評価につ C:50%R. H.) に於いて、実写評価を10000 枚行い、その初期と10000枚複写後の現像性・転写 いては4色の現像剤をY, M, C, 黒の順で感光体上に 《評価項目、方法》テストはN. N. 環境条件 (20 現像しその転写性の評価をした。 現像剤担持体 = 20mm

オリジナル蔵度1.3 2.0cm×5.0cmのパッ チを現像し、1 cm ²当たりの現像トナー<u>肌を</u>算出し [0075] (1) 現像性

[0076] (2) 転写性

現像性稠定と同様にして、終現像量に対する転写体上ト ナーの比率で高定した。

現像し、これを転写体上に転写した時の重ね合わせ色の 慇光体上にY, M, C, 黒の頤でトナーを重ね合わせて 【0077】(3)カラートナー重ね合わせ色転写性 評価を目視にて行った (O (良) →△→× (悪))。 [0078] (4) 消息法

定した。また実機テスト中におけるトナー補給性の評価 トナーの静格密度を川北式静閣密度測定装置を用いて測

夷写画像を肉眼観察することにより、評価した。これは トナー及び離脱外添剤の疑集体の形成による画像欠陥の [0079] (5) 白筋

[0080] (6) ドラム傷 評価となる。

(5) と同様の方法で画像の縦筋の評価をした。これは ドラム上の傷の形成による画像欠陥の評価となる。 [0081] (7) トナー飛散

10000コピー後の機内汚染の状態を目視で評価した (O(良) →Δ→×(馬))。

[0082] 《評価結果》上記の評価を表1に示したう も磁集物や融着の発生しなかったトナーで現像剤を作製 して行った。その結果を表3に示す。

[0083]

53

																											_					_
*****		C	>			C)			C)			_ C	>			C)			C			_	×	٤			×	:	
1000 コピー	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	o	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		0	0	0	0	×	⊲	×	×
7. 3.€.∰	1	1	1	1	-	-	•	-	_	1	1	-	ı	_	i	ı	1	-	١	1	-	١	1	-	1	-	ŀ	_	7500	1500	5500	568 8
#	t	1	1	_	_	1	-	ı	_	ŀ	-	ı	1	ı	-	-	_	i	1	_	-	1	1	1	7500	2002	7600	7500	2800	7500	8000	1200 8100
は群が	_	ŀ	1	1	ı	١	1	1	1	-	ŀ	1	1	,	ı	1	1	1	1	ı	_	1	1	1	1500	52	1200	1500	500	1700	<u>55</u>	1 20
的 當您度	0.45	0.43	0.44	0.45	0.43	0.44	0.44	0.42	0,43	0.45	0.45	Q.44	0.45	2) 0	0, 42	0.44	0.41	0,40	0.42	0.41	0.41	0.42	0.40	0.43	0.37	0.35	0.35	0.37	0.35	0.38	0. %	0.33
1000 ⊐ 'Z' –	88	88	86	88	18	88	97	88	16	86	97	88	æ	83	06	16	91	06	18	83	98	97	97	98	83	62	93	29	99	8	ĸ	61
存置	86	66	86	8	88	81	83	86	16	8	88	88	18	16	16	86	88	8	88	1В	16	88	88	16	8	ш	18	13	81	8	æ	₩
1900 コピー	0.79	0.81	0.81	O. 79	0.75	0.77	0.79	0,78	0.77	0.80	0.81	0.78	17'0	0) (0	0.45	0.42	0.45	0,41	0.40	87 '0	01.0	0.68	0.71	0.73	32 0	0.35	0.32	0,31	0.70	0.70	0.69	0.68
初期	88	9.82	0.81	Ø.	0.78	65 55	0.80	0.81	0.77	0.80	08.0	0.79	0.78	0.80	0. 73	0.78	0.75	0.76	0.80	0.74	0.65	0.62	0.68	0.68	0.60	0.61	0.58	0.55	0.71	0.70	0.74	0.70
Ř	8	22	33	=	11	I.	ĸ	74	14	21	13	14	18	88	88	28	06	8	8	8	88	8	06	68	100	001	8	8	7	1	1	2
2		<u>₹</u>	11年	당	111-2	111-2	那十2	CI+2	1 13 3	£-414	£-4(#	6-410	7-41	Y11-4	五十年	CF-4	2-41	Y17-5	M11-5	CF-5	9.44	¥ŀ}-6	9-4W	8-41 3	6-4#	6-411	8-4-W	CFF-9	11-10	01-41X	01-44H	CH-10
5		現場到	1-1			期	1-2			班	-3			現象	1-			超影	1-5			現如	1-8		114	TOWN THE PERSON	LORR.		8447	THE STATE OF	NO THE	1
		地震	1-1			地震	1-2			不是	1-3			配	1-4			と対象	1-5			高級	1 - 8			11000	<u>-</u>			五	1-2	
	初 10000 初 10000 新 10000 日本 10000 日本 10000 日本 10000 日本 10000 日本 10000日本 100000日本 10000日本 100000日本 10000日本 100	10000 10 10000 10 10000 10	10000 10 10000 10 10000 10	10000 10	10000 31 10000 31 10000 324 12-8 10000 324 12-8 10000 324 12-8 12-8 10000 324 12-8 12-8 10000 324 12-8	10000 10	10000 10	10000 31 10000 31 10000 324	10000 31 10000 31 10000 324	10000 31 10000 31 10000 324	10000 31 10000 31 10000 324	1000 31 1000 31 1000 32 32 32 32 32 32 32	10000 31 10000 31 10000 32 32 32 32 32 32 32	1000 31 1000 31 1000 32 32 32 32 32 32 32	10000 31 10000 31 10000 32 32 32 32 32 32 32	10000 31 10000 32 10000 32 10000 32 32 32 32 32 32 32	10000 31 10000 32 10000 32 32 32 32 32 32 32	10000 31 10000 32 10000 32 32 32 32 32 32 32	10000 31 10000 32 10000 32 32 32 32 32 32 32	10000 30 10000 30 10000 30 3	10000 31 10000 32 324 3	10000 31 10000 32 32 32 32 32 32 32	10000 31 10000 32 324	1000 31 1000 32 1000 32 32 32 32 32 32 32	1000 31 1000 32 1000 32 32 32 32 32 32 32	1000 31 1000 32 1000 32 32 32 32 32 32 32	1000 31 1000 32 1000 32 32 32 32 32 32 32	1000 31 1000 32 1000 32 1000 32 1000 32 1000 32 1000 32 1000 32 32 32 32 32 32 32	11 10 10 10 10 10 10 10	1000 31 1000 32 1000 32 1000 32 1000 32 1000 32 1000 32 1000 32 32 32 32 32 32 32	11 10 10 10 10 10 10 10	1000 31 1000 32 100

※ 比較用行-は固定化時に酌着および整集物の発生しなかったものについて評価した。

*問題があり、実用上に支障のあることがわかる。 *40 [0085] 実施例2 【0084】本発明内のものは、何れの特性も問題の無 いのに対し、本発明外のものは少なくも何れかの特性に

(着色粒子製造例1) [着色粒子製造例]

ポリエステル樹脂 (ガラス転移温度=57℃)

用机能 100 10

カーボンプラック

ポップログアン

トイエロー17を用いた他は同様にして着色粒子を得

[0087] (养色粒子製造例3) 着色粒子製造例1に た。これを「V着色粒子1」とする。

於いて、カーボンブラックの代わりにC. 1. ヒクメン 8 [0086] (着色粒子製造例2)着色粒子製造例1に 於いて、カーボンブラックの代わりにC. 1. ピグメン 上記成分を混構、粉砕、分級して体積平均粒径8.5μ mの着色粒子を得た。これを「黒着色粒子1」とする。

(13)

21

(13)

23 トレッド122を用いた他は同様にして着色粒子を得 た。これを「M着色粒子1」とする。

[0088] (着色粒子製造例4) 着色粒子製造例1に トブルー15:3を用いた他は同様にして着色粒子を得 於いて、カーボンブラックの(もわりにC. 1. ピグメン た。これを「C着色粒子1」とする。

m) 100gに、ヘキサメチルジシラザン15gをメタ ノール中で30分撹件、濾過、乾燥後、解砕して作製し (微粒子1) 乾式シリカ (数平均一次粒子径100 n [0089] [添加微粒子製造例]

【0090】(微粒子2)乳化肌合法により作製したメ

チルメタアクリレート微粒子(数平均一次粒子径50n m) を用いた。

す。尚、本実施例2では、特に混合媒体を使用しなかっ 【0091】 (トナー製造例) 上記着色粒子と微粒子を 4,5に示す条件で予備混合したのち、ジャケットに温 水を流通させて周速、時間及び昇温速度を種々変化させ 三井ヘンシェルミキサー (FM-1.0 B) を用いて表 本発明のトナーを得た。以下にその条件及び結果を示

[0092] [表4] 2

 Ξ

品類的 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 ◁ ◁ 4 0 0 0 0 0 0 ◁ 4 ◁ 国际化理(%) 23 钇 ß 22 7 92 2 92 88 88 88 88 e E e 8 器 8 88 E E E 8 8 8 쨆 保持時間 昇温減度 园 湖 (min) (C/min) (m/s) ຂ 8 ೭ ಜ ន ೭ ន ន ន ន 8 ន ន ន ಜ 2 ಜ 2 ឧ 2 2 يد **.** 9 ≎ **:** . ÷ 9 Q.' °; ÷ 7 ÷. 0 **9 9** <u>:</u> 2 <u>:</u> 0 **9** , , 0 , , 0 . 0. ÷ 9 댇 Ю ឧ 8 ឧ ឧ ଷ ន ឧ ឧ 8 8 8 8 ຂ 8 ន ឧ 8 8 開風 2 2 2 2 2 2 2 2 2 度の トナー BM | 英格用トナー I に同じ トナー8C | 実施用トナー1に同じ トナー B Y. | 実施用トナー 1 に同じ 子编混合工程 \$ \$ ຂ 읗 육 \$ ŝ \$ \$ ຂ ន 8 **M** & ଯ ଯ ឧ 8 8 ង ស ĸ ន 8 ន ឧ 8 ន ន ន ន ន ន ន ឧ ន ន 如理 粧 桩 桠 トナー3C 有 桩 トナー4M 有 楝 乍 トナー6M 有 拉 トナー7M 有 1-4-2M 1-1-5Y 1-4-3Y トナー3M 17-1K 1-2C 17-4C 1-1-4K 1-4-5M 17-15C 17-BC トナー製造例 1 - +4 17-1C トナー2ド 17-3K 1+-4Y 17-5K 17-6Y 77-44 17-14 トナー27 17-6K トナーイイ 岩 Щ

[表5]

ន

8

2

トナー8米 実権無トナー1に回じ

(16)

-ac 隣

型発モホ黒

(12)

27

82

	.50												<u> </u>	ı
	储蓄理	×	×	×	×	×	×	×	×	0	0	0	0	
뺊	固定化度 (%)	70	.70	70	70	91	91	91	91	22	22	22	22	
н	题 图 (w/s)	20	20	02	20	50	20	02	70	02	20	20	02	
	昇温速度 ("C/min)	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	
£ 0	保持時間 (min)	οz	20	02	02	02	20	20	20	0	0	0	0	
	通 (C)	70	70	10	10	20	10	20	10	2	22	10	10	
H	(3/世)	-	-	1	_	0\$	40	6	9	こに同じ	こ同じ	に同じ	に同じ	
鲁说中	調的	1	-	١	-	45	45	£	45	実施用トナー	実施用トナー1	実施用トナー 1に同じ	実施用トナー1に同じ	
4	処理	Ħ	Ħ	斑	簱	有	并	Ħ	#	蠹	擬	蕞	凝糊	
		1-44	1 1 1 1 M	>+-1C	1-4-1K	1-2-4	N5-+4	17-2C	>+-2K	1-4-3Y	トナー3M	17-3C	17-3K	
			1	3	1	¥	В	E						

10

10

10

01

Ζl

15

-15-

Ħ

11

۴l

71

13

٤١

13

13

13

13

٤١ 13

ш

11

ш

11

Ħ

単紙小 そホ

8.0

8.0

8.0

8.0

28.0

28.0

28.0

0.75

27.0 27.0

8.0 61.0

8 .0

8.0

8.0

SZ '0

67.0

0. 15

0.75

8.0

8.0

8.0

報料は大型(4)を 1.4)を表してい

52

32 52

52

SZ

SZ

52

52

51

54

92

54

54

54

54

54

77

5¢

(6/0/0/1 -a = 00001

(6 / **E**

۳. ۳.

52

52 52

52

50

51

Šŧ

-72

5t 5t 5t

51

52 52 52

25

97

92

92

58

52

SZ

52 52

(m C \ 8)

Z #SZ) 樂

20 (キャリアの製造法) 実施例1と同様な方法、組成で作 [0094] [現像荊製造例]

【0095】 (現像剤製造法) 実施例1と同様な方法、

作製したトナー及び現像剤は、外胚剤の浮きの評価、遊 【0096】《トナー及び現像剤評価》上記方法により 組成で作製した。

【0097】 《実機評価》実施例1と同様な機器を用い **雄外添剤の渦度評価、現像剤の帯電立ち上がりの評価を** それぞれ行った後、実機にてテストを行った。

価を10000枚行い、その初期と10000枚複写後 環境条件(20℃:50%R. H.) に於いて、実写評 [0098] (評価項目、方法) 実機テストはN. N. の帯電量、ホタル、黒ボチの群価をした。

ホソカワミクロン (株) 製パウダテスタを用い、表1の ように作製したトナーを60g使用して、タッピングテ ストを行い要面に浮いた内眼にて確認できる外統剤粒子 [0099] (1) 外胚剤浮き の個数を数えて評価した。

日本電色 (株) 製COH-300Aを用いて、厚さ1c mのセルにトナー0. 4mgと水1mlを入れ、濁度 【0100】 (2) 過度

(拡散透過率/全透過率×100)を測定した。実用上 は20%以下であることが望ましい。

上記現像剤製造法に記載されている混合中に混合開始後 1分と20分の比をとって帯間立ち上がり性能の評価を [0101] (3) 現像剤帯配立上り

行った。0. 75以下であることが望ましい。 [0102] 実機テスト

実機にて耐久テストを行い、初期の現像剤の帯電肚と1 0000コピー終了時の帯電債をプローオフ法にて測定 (小) 特配量

画像サンブルより、トナー磁集物によるホタル光状の画 [0103] (5) ホタル [0104] (6) 黒ボチ 像欠陥の評価をした。 ន

メターナイ用政実

39ーキ4用部実

M3-+1用截案

Y8ー七4用献実

X 5 ーキ 4 開ဆ突

文选用トナー5℃

Mさーキイ用献実

- Y-2 ー キィ 用蔵実

メルーモイ用越来

コナーt 4 用畝実

Mbーモイ用政実

Y 4 一 4 1 用武実

メミーセイ 用誠実

五佐用トナー3℃

ソモーヤ4用献実 MEーキ4用献実

メミーヤイ H就来

ンSーナイ用政実

MS一七4.用敵実

メトーナイ用磁実

コーナイ用建実

MI一七4用武実

λl-

(国)

라도

七 4 原就実

好 (10 知) 13 (10 知)

明典即

明命职

頭 衛 剤

z <u>-</u>, z

麻魚原

限數原

Z

9 **-** 2

MHT.

5 - 2

內加突

Mate

£ - Z

阀就案

z - z

阿敦英

(() 到美

[0105] 《評価結果》上記の評価を表4,5に示し た各々のトナーで現像剤を作製して行った。その結果を 黒ポチの画像欠陥の評価を行った。

欧光体上に発生する遊離外添剤の騒集物の影響による、

[0106] [346]

【费7】

[0107]

31

929	-	31	8.0	61	SZ	-	Hを用ってー3 K	s – 3	
920		ιε	8.0	6l	SZ	-	ひたーナー 単独社	麻魚頭	£ - Z
920	-	31	8.0	61	S2		Mcーキィ用効式	単数は	用绒红
220	-	31	8.0	6L	22	-	丫を一七4用幼出	ED 347 471	
_	ZZ	ει	6.0	81	52	-	とは日 トナー 2 K	z – z	
_	22	13	6.0	BI	SZ	_	比較用トナー2C	FF 420 50	2 - Z
	22	13	6.0	BI	SZ	-	MSーキ4用鍵出	H 29 71	開發知
	22	13	6.0	81	SZ		イSーキィ用効式	EE 47 11	
09	01	33	0.4	58	SI	182	汗放用でナーニス	1 – z	
09	OL	33	0.4	82	12	102	コーキィ用効社	11. 42. 40	1 - Z
05	٥١	33	0.4	58	51	223	MI一七4用效式	田郊田	無数出
99	01	33	b. 0	82	51	212	イート1 E放出	B 47 41	
	-	Ol	7.0	81	S2	_	メ8ーキ4用畝実		
_	_	01	1.0	81	52		フ8− ←4 削就実	8 - 2	8 - 5
	-	01	1.0	81	SZ	-	M8-大4用畫案	麻動原	阀动变
_		01	1.0	81	52	-	Y8一七1用誠実		
	_	50	1.0	56	£Z	30	メTーキ4用献実		
		OZ	1.0	92	23	54	コ「ーキ4用就実	1 - 2	7 - 2
_	_	OZ.	1.0	56	EZ.	51	MTーキ4用献実	麻魚原	PARTE
	_	SO	7.0	97	£2	31	YTーモ4 用誠実		
ボーコロ	X4-3c			(6/ე#) -み⊏00001	(6/2㎡)	(EB)			
主発天外黑	#₩₩ 64	39 OK	でまれて 日本 日本 日本 日本 日本 日本 日本 日本 日本 日本 日本 日本 日本		が Z # SZ) 基 栄	型物學	- 4 4 節 程	麻飲原動程	

いるため、媒体の分散効果により、着色粒子の融着や擬 た、媒体から与えられる衝撃力は他のタイプの固定化装 着色粒子と微粒子を混合し、且つ、混合時の着色粒子の ガラス転移温度 (℃) をTBとした時に、TB-20℃ 単が起こらず、均一な固定化、添加微粒子の分散が達成でき、しかも、短時間で混合、固定化が達成される。ま 置に比較して微小であり、目的とするソフトな固定化が **≦固定化処理温度≤Tg+20℃の温度範囲で処理して** 【発明の効果】本発明においては、混合媒体の存在下に

[0108]

【0109】 本発明の別の態様による、着色粒子と微粒

Tgとしたときに、予備混合温度≤Tg-30℃の材料 着色粒子の表面上に積密に分散し、均一に付着した状態 子との予備混合工程においては、機械的衝撃力の大きい 条件で、かつ着色粒子の樹脂のガラス転移温度 (C)を 温度の範囲で撹拌混合する。これにより外添剤偽粒子は の混合物を短時間に得ることができるので、微粒子の浮 きや、遊離外添剤が発生せず、黒ボチの発生も認められ

工程より機械的衝撃力を低下させ、かつ材料温度をTg [0110] そして、固定化工程においては、予備混合 **−20℃≦固定化温度≦Tg+20℃に高くして処理し** ているので、特に混合媒体などを使用しなくても着色粒

に、着色樹脂粒子の表面に均一に外添剤をソフトに固定 9 ファキップパシャフトカップリング [図面の簡単な説明] 偏心极動源 偏心极動源 [符号の説明] ミル本体・ 8 スプリング 10 モーター 4 混合媒体 概念図。 上がりの非常に優れた現像剤を得ることが可能である。・・・ [0111] これにより、長期に亘り、安定した帯配性・ 0℃/min 5昇温及び降温≤5.0℃/minの 雌を違成でき、帯電量の長期に亘る安定化や、帯電立ち と、高く且つ安定した転写性を維持し、また、装置の小 像、一括転写プロセスに於いて、長期に亘り、安定した の騒集物や融着物の発生も観察されず、ホタルなどの画 像欠陥も認められない。また、固定化温度で1min≦ 速度範囲で品温調整を行うため、非常に均一な固定化状 容易にかつソフトに固定化することができる。着色粒子 子の表面に好適に付着した微粒子を遊離させることなく 型化及び色ズレを起こさないことを目的とした多重現 画像設度を実現し、安定した転写特性を実現するため 保持時間≤60minの範囲で保持すること、更に、

(18)

化した静電荷像現像用トナーが得られた。

[図1] 本発明に係わるバイブローミルの説明のための

[| | |